

PRODUCTION OF CERAMIC FOAMED PRODUCT

Publication number: JP2192478 (A)

Publication date: 1990-07-30

Inventor(s): TOKUMARU HIDEYUKI; ADACHI TSUTOMU; MUTSUDA TAKASHI; TAGAWA ATSUSHI

Applicant(s): NIPPON STEEL CHEMICAL CO

Classification:

- international: C04B38/02; C04B38/02; (IPC1-7): C04B38/02

- European: C04B38/02

Application number: JP19890012900 19890120

Priority number(s): JP19890012900 19890120

Abstract of JP 2192478 (A)

PURPOSE:To provide a foamed product uniformly foamed over the whole portions thereof on the thermal sintering process and having uniform and fine pores by employing a raw material mixture prepared by adjusting the particle diameters of a silicic acid-containing substance, a blast furnace granulated slag, a boric acid flux and a foaming agent and subsequently granulating the adjusted particles into prescribed granules diameters. CONSTITUTION:Component comprising (A) a silicic acid-containing substance (e.g. kila clay), (B) a blast furnace granulated slag, (C) a boric acid flux (e.g. ulexite) and (D) a foaming agent (e.g. SiC) are ground and mixed into a mixture of particles having particle diameters of $\leq 10\mu\text{m}$ by use of a ball mill, vibration mill, etc. The ground mixture is granulated into granules having diameters of 0.5-5mm, poured into a mold frame and subsequently thermally formed to provide a ceramic foamed product.

Data supplied from the *esp@cenet* database — Worldwide

English Translation-in-part of
Japanese Unexamined Patent Publication No. 192478/1990

[Page 1, lower left column lines 14 to 17]

A foam which has an internal structure having numerous bubble is manufactured when calcinating a ceramics composition obtained by adding foaming agent such as SiC_4 , carbon black, etc. to a siliceous compound at high temperature

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-192478

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)7月30日

G 04 B 38/02

K

6359-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 セラミックス発泡体の製造方法

⑯ 特 願 平1-12900

⑰ 出 願 平1(1989)1月20日

⑱ 発 明 者	徳 丸	秀 幸	福岡県北九州市小倉北区井堀3丁目6-20
⑱ 発 明 者	足 立	力	福岡県北九州市八幡西区浅川774-16
⑱ 発 明 者	睦 田	孝	福岡県北九州市八幡西区折尾5-10
⑱ 発 明 者	田 川	厚	福岡県北九州市小倉北区中井4丁目7-2
⑲ 出 願 人	新日鐵化学株式会社 東京都中央区銀座5丁目13番16号		
⑳ 代 理 人	弁理士 小 倉 亘		

明 細 書

1. 発明の名称 セラミックス発泡体の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 珪酸含有物質、高炉水砕スラグ、珪酸系耐火材及び発泡剤を平均粒径10 μ m以下に混合・粉砕した後、混合原料を粒径0.5 \sim 5 μ mに造粒し、型枠に流し込み成形して、加熱・焼成することを特徴とするセラミックス発泡体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、微細な気泡が均一に分散したセラミックス発泡体を製造する方法に関する。

〔従来の技術〕

珪酸含有物質にSiC、カーボンブラック等の発泡剤を配合したセラミックス組成物を高温で焼成するとき、発泡によって多数の気泡が発生した内部組織をもつ発泡体が製造される。得られた発泡体は、その組織がもつ特性を活かして、軽質性、断熱性、遮音性等に優れた屋根材、壁材等の建築用資材として使用されている。

たとえば、特公昭58-12219号公報では、高炉水砕スラグに珪酸含有物質及び発泡剤を配合した原料粉末を型枠に充填し、900 \sim 1200 $^{\circ}$ Cで加熱焼成した発泡させた後、800 \sim 1100 $^{\circ}$ Cの温度域で発泡体上面を成形している。また、特開昭56-109859号公報では、セラミックス粉末原料に発泡剤としてSiCを0.05 \sim 0.6%添加している。

〔発明が解決しようとする課題〕

このセラミックス発泡体においては、内部に微細な気泡が一様に分散していることが、性質の均一性を確保する上で重要である。たとえば、局部的に大きな気泡が存在すると、その周囲のセラミックス組織が脆弱化し、僅かな衝撃が加わっただけで欠け落ちや崩壊が発生し易くなる。また、断熱性、遮音性等の劣化も見られる。

従来の方法においては、セラミックス原料及び発泡剤の選択、配合割合の調整等によって、或いは加熱条件の制御等によって、セラミックス組成物全体にわたり均一な発泡を行わせることを狙っている。しかし、依然としてセラミックス組成物

を高湿に加熱したとき、偏った発泡現象が生じることが避けられないのが現状である。

そこで、本発明は、使用する原料の粒径を調整し、所定の粒径に造粒した混合原料を使用することにより、加熱・焼成時に成形体全体にわたり一様な発泡を行わせ、均質で微細な気泡をもつ発泡体を製造することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明のセラミックス発泡体の製造方法は、その目的を達成するために、珪酸含有物質、高炉水砕スラグ、珪酸系融材及び発泡剤を平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下に混合・粉砕した後、混合原料を粒径 $0.5\sim 5\text{mm}$ に造粒し、型枠に流し込み成形して、加熱・焼成することを特徴とする。

珪酸含有物質としては、一般に窯業原料として使用されている各種の粘土（たとえば木節粘土、蛙目粘土等）、窯業原料精製残渣、窯業原料精製残渣と粉砕物との中間物質であるキラ粘土（通常は、粘土分90重量％程度、珪砂分10重量％程度を含有している）、珪酸塩ガラス、火山灰、耐火石、膨張

頁岩、真珠岩等があるが、加熱・焼成の際の流動化温度（発泡温度）やセラミックス発泡体の強度等の点からキラ粘土が好ましい。

高炉水砕スラグは、高炉で鉄鉄を製造する際に副生する高炉スラグを水で急冷破砕したものであり、一般に高炉セメントを製造する際に混合材として使用されるものでも良い。

珪酸系融材としては、三酸化二珪素、各種アルカリ金属及びアルカリ土類金属の珪酸塩、これらの成分を含有する鉱物（たとえばウレキサイト）等がある。また、融材として、珪酸系融材以外の融材、たとえばガラスカレット、廃油、各種アルカリ金属及びアルカリ土類金属の塩等を併用することができる。

発泡剤としては、炭素、炭化けい素等の炭素含有物質、各種炭酸塩、炭化けい素等があるが、セラミックス発泡体の強度の面から炭化けい素、窒化けい素等のけい素を含有するものが好ましい。

珪酸含有物質、高炉水砕スラグ及び珪酸系融材の混合割合は、混合物の流動化温度、得られるセ

ラミックス発泡体の強度及び吸水性等を考慮して適宜選択する。たとえば、キラ粘土～高炉水砕スラグ～珪酸系融材の系においては、キラ粘土30～80重量部、高炉水砕スラグ70～20重量部、珪酸系融材30重量部以下（好ましくは10～25重量部）程度とするのが良い。

発泡剤の混合量は、混合物を加熱・焼成する際の発泡速度、発泡量、発泡温度等を考慮して適宜選択する。たとえば、炭化けい素を使用する場合で、混合物が $900\sim 1200^\circ\text{C}$ 程度の温度で流動化するときには、 $0.05\sim 0.5$ 重量％程度混合するのが良い。

〔作用〕

本発明においては、ボールミル、振動ミル、オムニミキサー等によって珪酸含有物質、高炉水砕スラグ、珪酸系融材及び発泡剤を粒径 $10\mu\text{m}$ 以下に混合・粉砕する。ここで、粉砕した後の原料の粒径を $10\mu\text{m}$ 以下とすることが重要である。このように細かく原料を粉砕するとき、各成分が均質に混合されることは勿論、粉粒体の比表面積が増

加し反応性に富むものとなる。その結果、焼成時に発泡反応が迅速に進行する。

また、混合・粉砕した原料は、粒径 $0.5\sim 5\text{mm}$ に造粒される。この造粒体の粒径は、焼成後の発泡体内部に存在する気泡の大きさに重要な影響を与える。すなわち、造粒された粒子の間に存在する空隙は、セラミックス組成物を焼成・発泡させた後にも残留し易いものである。そこで、この粒子間の空隙を発泡によって形成される気泡とほぼ同じサイズにするため、造粒した原料混合物の粒径を前述した範囲に定める。これにより、得られた発泡体は、微細な気泡が均一に分散した組織をもつものとなる。

造粒体の粒径が 5mm より大きいと、造粒体を型枠に充填したとき、大きな空隙が粒子間に存在する。この空隙は、焼成段階にあっては精製した気泡を凝集し、より大きな気泡となって発泡体に残留する。また、造粒体の粒径が 0.5mm 未満の場合、発泡で生じた気泡が集合したり、吹抜け状態を呈し、いびつな発泡体となる。

このように調整された造粒体を型枠に充填し、焼成するとき、原料粉末が微細に粉砕されているため、反応性が高く、半分以上の焼成時間で発泡を終了させることができる。また、得られた発泡体には、微細な気泡が均一に分散しているため、強度的にも堅れたものとなる。

なお、発泡剤は、SiCをMC（メチルセルローズ）やCMC（カルボキシメチルセルローズ）溶液等の粘性液体の水溶液等の溶媒に溶解又は懸濁させて、他の原料と混合することもできる。

〔実施例〕

キラ粘土（窯業原料を精製する際に発生する残渣と精製物との中間物質）70重量部、高炉水砕スラグ30重量部、型酸系散材10重量部、SiC0.2重量部を各細粒径に混合・粉砕した。そして、混合原料を粒径1.2mmに造粒し、造粒体を型枠に充填し圧縮成形した。このように予備成形された圧粉体を1100℃の温度に加熱して焼成・発泡させた。この加熱は、発泡が圧粉体全体に一様に生じ、気泡が一様に分散したところで停止した。

第2表 造粒体の粒径による影響

試験番号	造粒体の粒径 (mm)	平均泡径 (mm)	圧縮強度 (kgf/cm ²)
実施例1	1.2	0.6	73
" 3	3.0	0.6	71
" 4	5.0	0.7	70
比較例3	8.0	0.8	65
" 4	10.0	0.9	60
" 5	0.1	0.9	58

第2表から明らかなように、10μm以下に混合粉砕した原料を0.5～5mmに造粒し、この造粒体を使用して焼成するとき、得られた発泡体の内部に存在する気泡は、微細で且つ均一な大きさをもったものであった。その結果、局部的な強度劣化がなく、高い圧縮強度をもつ製品が得られた。

これに対し、粒径が5mmより大きな造粒体を使用して焼成した比較例3及び4の発泡体では、粒子間の間隙に起因すると見られる大きな気泡が存在し、泡径のパラッキも大きなものであった。そのため、圧縮強度が劣るものとなった。

第1表は、このときの粉砕後の原料粒径が発泡時間並びに得られた発泡体の平均泡径及び圧縮強度に与えた影響を表したものである。

第1表 粉砕原料の粒径による影響

試 験 区 分		実施例		比較例	
		1	2	1	2
粉碎後の平均粒径 (μm)		7.7	5.5	14	14
焼成・発泡時間 (分)		47	47	110	110
発泡性 体状	平均泡径 (mm)	0.6	0.6	0.9	0.8
	圧縮強度 (kg f/cm ²)	73	71	65	65

第1表から明らかなように、粉砕後の原料の平均粒径が10μm以下のものを使用して焼成を行った実施例1及び2では、焼成・発泡時間が半分に短縮されている。また、得られた発泡体の気泡も小さく、圧縮強度も向上している。

また、原料を平均粒径7.7μmに粉砕した実施例1のものを、各種粒径に造粒し、同様な条件下で焼成したところ、得られた発泡体は、第2表に示すような特性をもっていた。

また、粒径が0.5mmより小さな造粒体を使用して焼成した比較例5の発泡体では、気泡が集合して泡径が大きくなったり、吹抜けの状態を生じていびつな空隙が生じたりして、均一で微細な気泡が得られなかった。

なお、以上の例においては、キラ粘土・高炉水砕スラグ・型酸系散材・SiC（発泡剤）系のセラミックス組成物を使用している。しかし、粉砕後の原料粒径及び造粒体の粒径が気泡生成等に与える影響は、ガラス系材料、火山灰、珪火石、膨脹頁岩、真珠岩等の混合物等の他の系においても同様であった。

〔発明の効果〕

以上に説明したように、本発明においては、各原料を10μm以下に混合・粉砕し、これを所定粒径に造粒したものを使用して、発泡体を製造している。この粒度調節によって、発泡が迅速に行われ、短時間で微細な気泡をもった発泡体を得られる。また、特定された粒径の造粒体を使用しているため、発泡体内部に形成された気泡は、微細で

且つ泡壁にバラツキがなく、均一に分散された状態となる。このように、本発明によるとき、微細な気泡が均一に分散した組織となっているため、局部的に強度が劣化した箇所がなく、安定した性質を示す発泡体が製造される。

特許出願人	新日越化学 株式会社
代理人	小 堀 益 (ほか2名)